

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/DE05/000042

International filing date: 14 January 2005 (14.01.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: DE  
Number: 10 2004 002 566.5  
Filing date: 17 January 2004 (17.01.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 18 April 2005 (18.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

**BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND****Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 10 2004 002 566.5

**Anmeldetag:** 17. Januar 2004

**Anmelder/Inhaber:** NanoCompound GmbH, 52499 Baesweiler/DE

**Bezeichnung:** Industrielles Verfahren zur Herstellung von Nano-Carbon-Fullerenen (NCF), Nano-Carbon-Fullerene (NCF) und Verwendung derartiger Stoffe in Form von Nano-Compounds

**IPC:** C 01 B 31/00

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 4. April 2005  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
Der Präsident  
Im Auftrag

**Stenschus**



Die Erfindung betrifft eine neue Familie von Nano-Materialien, insbesondere von Kohlenstoff-Hybriden: Nanostrukturierte Carbon-Fullerene (Nano Carbon Fullerene – NCF) und das technologische Verfahren ihrer Herstellung und Applikationsaufbereitung sowie ihrer Verwendung in Form von Nano-Compounds.

Bekannt sind eine Vielzahl von laborativen chemischen und physikalischen Verfahren zur Erzeugung fullerener Strukturen unterschiedlicher Modifikationen, u.a. auch von Kohlenstoff-Modifikationen über gesonderte Verbrennungsreaktionen von Kohlenwasserstoff-Verbindungen (siehe H.W.Kronto, e.a., Nature 318, 162, 1985; P.J.F.Harris, European Microscopy and..., Sept.1994,13; etc.).

Bekannt sind gleichermaßen Stoffe (siehe Jonan Notura and Razuro Kavamura. Carbon 1984, vol.22, N2, pp.189 ; Van Triel, Mand Ree, F.H.J. Appl. Phys. 1987, vol.62, pp.1761 – 1767; Roy Greiner and all. Nature, 1988, vol.333, 2<sup>nd</sup> June, pp.440 – 442), welche kondensierte Strukturen enthalten, die aus Kohlenstoff mit diamantartigen und nicht diamantartigen Modifikationen bestehen, bei welchen die kristallinen und röntgenamorphen Kohlenstoffphasen kompakte Sphäroide mit Durchmesserwerten von etwa 7 nm sowie Tubes mit einem Durchmesser von 10 nm enthalten.

Die Röntgenogramme der nicht diamantartigen Kohlenstoffmodifikation werden dabei durch Abstände der Zwischenebenen in Größenordnungen von 0.35 nm bei Reflexionen (002) charakterisiert, die für reine amorphe oder stochastisch desorientierte Formen des Graphit typisch sind und auf einen fullerenartigen Strukturaufbau verweisen

Die Kristall-Phase des Kohlenstoff stellt sich dabei als kompakte Sphäroide mit einem Durchmesser von etwa 7 nm mit großen Oberflächewerten dar.

Elektronenfraktometrische Untersuchungen lieferten folgende Reflexionswerte in den Zwischenebenen:

$d = 0.2058; 0.1266; 0.1075; 0.8840$  und  $0.636$  nm,

welche den Flächenreflexionswerten der kubischen Kristallmodifikation des Kohlenstoff bei (111), (220), (311), (400) und (440) entsprachen.

Gleichfalls im weiteren bekannt sind Verfahren zur Herstellung ähnlicher Stoffe (siehe JoKan Notura and Razuro Kavamura. Carbon, 1984, vol.22, N2, pp.189 . 191 ; Van Triel, Mand Ree, F.H.J. Appl. Phys. 1987, vol.62, pp.1761 – 1767; Roy Greiner and all. Nature, 1988, vol.333, 2<sup>nd</sup> June, pp.440 – 442) aus Reaktionsprodukten von hochenergetischen Verbindungen, die in Inertgasmedien bei atmosphärischem Druck zur Reaktion gebracht werden.

Die beschriebenen Regime finden jedoch als industrielle Verfahren keine entsprechende Anwendung und sind derzeit nur im Labormaßstab praktikabel.

Weiter sind dem technischen Inhalt der Erfindung naheliegend hochstrukturierte Kohlenstoffmodifikationen bekannt (siehe Patent RU Nr.2041165 MPK6 SO1V 31/06, veröfl. BI.Nr.22, 09.08.95p; Patent PCT/DE00/01885, WO 00/78674 A1, veröfl. 14.06.2000; Patent PCT/DE01/02661, WO 02/07871 A2, veröfl. 31.01.2002) , die aus folgenden Massenverhältnissen (Massen-%) bestehen :

- Kohlenstoff (84.0 - 89.0),
- Wasserstoff (0.3 – 1.1),
- Stickstoff (3.1 – 4.3),

- Sauerstoff (2.0 – 7.1) sowie
- nichtverbrennbare Beimengungen (bis 0.5)

und mit:

- Kohlenstoff in kubischer Modifikation (30.0 – 75.0),
- röntgen-amorphe Kohlenstoffphase (10.0 – 15.0),

wobei die Oberfläche dieser Stoffe mit Methyl-, Karboxyl-, Chinon-, Lakton-, Aldehyd- und Ester-Gruppen, etc. besetzt ist.

Gleichermaßen dem technischen Inhalt der Erfindung naheliegende Verfahren (siehe Patent. PCT/DE 199 55 971 A1, Offenlegung 25.01.2001),

zur Herstellung von Kohlenstoff-Modifikationen mit fullerenartigen Dotierungen (Cluster) sind weiterhin bekannt, bei denen reaktive Umsetzungen von energiereichen organischen Verbindungen mit negativer Sauerstoffbilanz in geschlossenen Volumina (Reaktionsgefäßen) sowie in einer Inertgasatmosphäre bei nachfolgender Abkühlung der Reaktionsprodukte mit Geschwindigkeiten von 200 – 6000 Grad / min. stattfinden.

Diese erzeugten Kohlenstoff-Modifikationen zeigten folgenden Cluster-Aufbau:

Im Zentrum des Cluster ist ein Kern positioniert und aus einer kubischen Kristall-Phase besteht, um den sich eine röntgenamorphe Kohlenstoffphase gruppiert, die wiederum in eine kristalline Kohlenstoffphase übergeht.

Auf der Oberfläche der kristallinen Kohlenstoffphase befinden sich dabei chemische Restgruppen.

Die erzeugten Verhältnisse zwischen den einzelnen Phasen des Kohlenstoff sowie den angelagerten chemischen Gruppen auf der Oberfläche, ermöglichen die Anwendung dieses Materials als Komponente von hocheffektiven Verbundwerkstoffen, vor allem in der Funktion als Additiv zur Verbesserung der physikalisch-mechanischen und Anwendungscharakteristika von Kunststoffen.

Die Zugabe von z.B. von 1-3% dieses Materials in hochgefüllte Elastomere führt zur Verbesserung des Abriebsverhaltens um das 1.2 – 1.4-fache, des von schwachgefüllten Mischungen um das 2.0 – 5.0-fache.

Gleichfalls hohe und verbesserte Charakteristika wurden beim Einsatz dieses Materials in Schmierstoffen sowie in einer Vielzahl von Kompositionsmaterialien erzielt.

Unabhängig von diesen Ergebnissen wird von den Autoren der vorliegenden Erfindung davon ausgegangen, dass die fullerene Cluster-Molekularstruktur dieser Stoffe optimal gestaltet und derart modifiziert werden kann, dass erweiterte Applikationspotentiale in industriellen Bereichen umsetzen lassen. Zur Erreichung dieser Zielsetzung ist es zum einen erforderlich, die Kristallstruktur der kubischen Kohlenstoff-Modifikation so anzupassen, dass die Oberflächenatome einen erheblichen Anteil der Gesamtzahl der Kohlenstoffatome ausmachen und zum anderen, mechanisch stabile Cluster-Kompakte, ähnlich polykristalliner Strukturen in Form von „spärischem Carbonit“ zu formieren.

Der vorliegenden Erfindung wurde die **Aufgabe** zu Grunde gelegt,

eine solche vollendete Verbindung der erfinderischen Idee von einem nanostrukturierten Carbon-Fulleren und seinem Verfahren zur Herstellung zu verwirklichen, bei dem es möglich ist, in folge durchgeführter zusätzlicher und erweiterter technologischer Operationen bei der Erzeugung des Kohlenstoffes mit kubischer Kristall-Modifikation durch chemische Umsetzung von hochenergetischen Verbindungen, ein solches nano-partikuläres Stoffsystem zu erhalten, das Teilchengrößen von 5 bis 10 nm, spezifische Oberflächenwerte von bis zu  $700 \text{ m}^2/\text{g}$  und höchste Adsorptionspotentiale in Bereichen bis zu über  $500 \text{ J/g}$  sowie primäre und sekundäre Poren mit *fullerenem Strukturaufbau* aufweist.

Zur Lösung dieser Aufgabe wurde eine pulverförmige nanopartikuläre Kohlenstoff-Struktur in zwei Modifikationen hergestellt, dessen Teilchen generell Kohlenstoff in hexagonaler und kubischer Modifikation sowie Sauerstoff, Wasserstoff, Stickstoff und unverbrennbare Beimengungen enthalten, welche erfindungsgemäß nano-partikuläre fullerene Formationen aufweisen, die ein poröses Volumen, eine hohe spezifische Oberfläche sowie ausgeprägte Adsorptionspotentiale besitzen, wobei die Elemente in Massen-% wie folgt gewählt wurden, dass Kohlenstoff – (86 – 98), Sauerstoff – (1 – 6), Wasserstoff – (0.5 – 1.0), Stickstoff – (0.5 – 2.0) und unverbrennbare Beimengungen – bis 2.0 betragen, die jedoch im Herstellungsverfahren mittels chemisch-dynamischer Umsetzung von organischen Energieträgern mit negativer Sauerstoffbilanz, in einem geschlossenen Volumen mit Inertgasatmosphäre unter einem atomarem Wasserstoffplasma bei nachfolgender Abkühlung der Reaktionsprodukte erfindungsgemäß nach erfolgter Reaktion aufbereitet und stabilisiert wurden.

Die Ursache-Folge-Verbindung zwischen der gekennzeichneten Vorgabenmenge und den technischen Resultaten, die sich bei ihrer Realisierung ergeben, besteht in folgendem:

Das erfindungsgemäße Material stellt ein Pulver mit dunkelgrauer Farbe dar, dessen spezifisches Gewicht  $2.3 - 3.0 \text{ g/cm}^3$  beträgt, was dem Wert von 65 – 85 % des spezifischen Gewichtes einer kubischen Kohlenstoffstruktur entspricht.

Die Röntgenphasenanalyse fixiert einen einzigen Phasen-Peak, den der kubischen Modifikation des Kohlenstoff (Diamant).

Die Mikroelektronogramme des erfindungsgemäßen Materials unterscheiden sich dabei von denen des bei der dynamischen Synthese erzeugten ultradispersen Nano-Diamantsystems durch eine verbreiterte Linie (111), aber auch durch die Anwesenheit gut entwickelter lokaler Reflexe, was darauf hindeutet, dass der geometrische Aufbau der Kristalle durch spezifische und neue Charakteristika bestimmt wird.

Das Streumuster der Röntgenstrahlen verweist darauf, dass die Zentral-Kristalle der kubischen Gitterphase von einer Hülle (Käfig) aus Kohlenstoffatomen umgeben sind, die aus einer regelmäßigen Anordnung von Fünf- und Sechsecken besteht und der räumlichen Struktur eines „Bucky-Ball“, d.h. einer Fulleren-Morphologie entspricht (Figur 1: Nanometrische Diamantstruktur-gelb, Fullere-„caps“-rot).

Das Absorptionsspektrum der vorliegenden Fulleren-Materialien weist im Gegensatz zu natürlichen und synthetischen Kohlenstoff-Strukturen mit kubischer Kristallphase (Diamant) eine Reihe von spezifischen Besonderheiten auf, wobei die Monokristalle farblos erscheinen. Die charakteristische Graufärbung der Cluster ist auf diffuse Lichtstreuung und -reflexion zurück zu führen. Optische Anisotropie liegt nicht vor.

Die elektronische Struktur der vorliegenden Fullerene weist darauf hin, dass diese unabhängig von der Kristallgröße, Licht einer bestimmten Wellenlänge aussenden können. Nano-Kristalle aus herkömmlichen Halbleitermaterialien hingegen zeigen in der Regel eine gravierende

Änderung in der Farbe des von ihnen ausgesandten Lichts, wenn ihr Durchmesser im Bereich von nur wenigen Nanometern verändert wird.

Der Brechungsindex (refraction index) liegt in Bereichen von über 2,55 und damit erheblich höher, als der Wert von entsprechend vergleichbaren Strukturen.

Die Absorptionsgrenzen der fullerenen Materialien (NCF) im UV-Bereich liegen in der Bandbreite von 220 bis > 300 nm sowie im nahen IR-Bereich bis etwa > 2810  $\text{cm}^{-1}$ .

Die Materialteilchen und Cluster besitzen ovale Formen, auf deren innerer und äußerer Oberfläche sich offene Poren lokalisieren. Die durch BET ermittelten Abmaße der offenen Poren betragen 12 – 100 Å, wobei die Volumenadsorption Werte bis 700 J/g erreichen.

Die thermische Behandlung der NCF im Vakuum oder in Inertgasatmosphäre (Argon) liefert Fullerene-Shells (OLC – Onion Like Carbons), wobei etwa 1800-2000 Kohlenstoffatome containerartig einen Nano-Kern mit kubischer Kristallstruktur und 900-1000 Oberflächenatomen umfassen.

Figur 2 zeigt ausgewählte TEM-Aufnahmen von NCF-Shells (Vakuum; a): 1415 K; b): 1600 K; c): 1800 K, d): 2150 K).

NCF-Clusterverbunde im trockenen und pulverförmigen Zustand sind in Figur 3 dargestellt.

Erfindungsgemäße Grundlage für die Anwendung von NCF-Materialien sowie für die multifunktionale Kombination der NCF-Systeme mit anderen nano-partikulären Werkstoffen, vorrangig mit metallischen, metalloxidischen, oxidischen, mineralischen, organischen u.a. Stoffgruppen bilden entwickelte Technologien für die spezifische Oberflächen-Modifizierung der nano-partikulären Systeme sowie für Herstellung von stabilen Nano-Compounds und für ein optimales Enabling in entsprechende Makrostrukturen (organische, anorganische Matrices, etc). Zur Lösung dieser Aufgabe war es erforderlich:

1. Die komplexe Dynamik der NCF-Systeme in Kombination mit anderen multifunktionalen Nano-Partikeln zu charakterisieren,
2. die Wechselwirkungskräfte zwischen den Nano-Partikeln (v.d.Waals-Haftkräfte, Masse, Form, Partikelgröße, u.a.) zu erfassen,
3. die Produktzustände zwischen Vereinzelung, Dispergierung und Agglomeration sowie die Abhängigkeiten von ZETA-Potential und Leitfähigkeit zu bestimmen,
4. optimale Dispergierungsschritte (Methodik, Intensität, Zeitdauer) sowie adaptierte technologische Hilfs- und Betriebsmittel (Medien, Stabilisatoren) einzusetzen und
5. Verfahren zur Modifizierung der Nano-Partikeloberflächen aufzubauen und umzusetzen.

Ausschlaggebender Prozeß für die Erreichung der erfindungsgemäßen Zielsetzung und Aufgabe sind dabei entwickelte komplexe Technologien für die chemische und physikalische Modifizierung der Oberflächen der nano-partikulären Werkstoffe in Abhängigkeit ihrer spezifischen energetischen Oberflächen-Charakteristika (spez. Oberfläche, Adsorptions- und ZETA-Potential) sowie durch die Beeinflussung/Gestaltung der hydrophoben/hydrophilen Balance.

Das erfindungsgemäße Ergebnis besteht in verfügbaren stabilen multifunktionalen Nano-Verbundcompounds mit basierten wässrigen und organischen Träger-Matrices sowie mit ausgewählten Polymeren, Monomeren und Oligomeren.

Das technologische Grund-Schema zeigt Figur 4 mit adaptierten Produkt-Applikationen, u.a. wie:

- Hochleistungssysteme (Suspensionen, Pasten) als nano-compoundierte Fertigprodukte für das ultra-präzise Polieren (UPP, CMP, MRP) von Oberflächen, vorrangig von Leistungsoptiken, Halbleiterelementen der Leistungselektronik und superharten kristallinen Sonderwerkstoffen.
- Produkte auf organischer Basis mit multivalent verbesserten Eigenschaften (Kunststoffe, Lacke, Coatings, Öle, Fette, Wachse, elektrochemische/galv. Beschichtungen, etc.), wie insbesondere:
  - mechanische, tribologische und chemische Charakteristika,
  - optische Kenn- und Leistungsparameter,
  - antimikrobielle und Easy-to-clean-Eigenschaften.
- Adsorbenten, Getter-Speicher, Filter, Katalyse- und Wirkstoffträger, u.a.

In Figur 5 sind ausgewählte NCF-Nanocompounds (1000x) auf wässriger, polymerer und oligomerer Basis dargestellt.

**Beispiel 1:** Industrielle Herstellung von Nano-Carbon-Fullerenen (NCF) mit vorwiegend quasi-monokristalliner Morphologie

Eine Stoffkombination von organischen Energieträgern, vorrangig Gemische von  $C_7H_5N_3O_6$  (Sauerstoffwert: -73,9 %) und Cyclotrimethylentrinitramin (Sauerstoffwert: - 21,6 %) wird mit einer Masse von 15 kg in einer Enklaven-Kammer mit einem freien Raumvolumen von  $100\text{ m}^3$  mit negativer Sauerstoff-Bilanz zur chemischen Umsetzung gebracht.

Die Reaktionskammer besteht dabei aus drei horizontal und axial angeordneten Zylindern, wobei der Zentralzylinder feststehend ausgelegt ist. Die beiden Seitenzylinder sind mittels Elektroantrieb axial verschiebbar und gewährleisten die Beschickung des Zentralzylinders mit dem Energieträger sowie die Installation des Initial- und Kühlsystems.

Die chemische Reaktion erfolgt im Stoßwellen-Gegenlauf ( $P > 7,26 \times 10^5\text{ bar}$ ) in Inertgasatmosphäre ( $< 1\text{ bar}$ ) unter Anwesenheit eines atomaren Wasserstoff-Plasmas. Nach Reaktionsverlauf erfolgt die Ausspülung des Synthesegutes unter Wasserdruck sowie seine Einleitung in ein systemintegriertes Sammelreservoir. Die nachgeschaltete Reinigung der NCF-Systeme wurde auf chemischen Wege durchgeführt.

*Technologische und erfindungs-spezifische Charakteristika:*

- Erzeugung hochreiner nano-partikulärer Kohlenstoff-Strukturen in kondensiertem Aggregatzustand mittels chemischer Umwandlung von erfindungsgemäß eingesetzten kombinierten festen, flüssigen und hybriden hochenergetischen Kohlenstoff-Spenderverbindungen mit negativer Sauerstoffbilanz.
- Formierung der kurzzeit-physikalischen Umbildung der hexagonalen Kohlenstoff-Kristallgitter-Struktur in die kubische (Diamantgitter) sowie in die fullerene Raumgitter-Struktur („Käfig“-Struktur mit  $\gg C_{240}$ ) nach dem MARTENSIT-Mechanismus durch:
  - Realisierung einer topologischen Temperatur-Plattform von  $3000 - 4500\text{ °C}$ ,
  - Umsetzung eines lokalen Druckniveaus von  $\geq 4,5\text{ GPa}$ ,
  - Formierung dynamischer gegenläufiger Stoßwellen in Bereichen  $> 100.000\text{ atm}$  sowie
  - Begrenzung der kurzzeit-physikalischen Reaktionszeit der chemischen Umsetzung auf  $\leq 7,5 \times 10^{-6}\text{ sek}$ .
- Verhinderung der Regraphitisierung der erzeugten Fullerene-Strukturen durch Formierung eines atomaren Wasserstoff-Plasmas für den Zeitraum des chemischen Reaktionsverlaufes.

Die wesentlichsten Eigenschaften und Charakteristika der NCF und die damit in Verbindung stehenden Innovations- und Applikationspotentiale zeigt Figur 6. In Figur 7 sind NCF optisch mittels TEM dargestellt. Figur 8/1 – 8/6 zeigt das technologische Fluß-Schema des Syntheseprozesses.



**Beispiel 2:** Industrielle Herstellung von Nano-Carbon-Fullerene mit polykristalliner morphologischer Struktur (Poly-NCF, PNCF)

In einem nachgeschalteten technologischen Verfahrensschritt werden erfindungsgemäß NCF mit vorwiegend quasi-monokristalliner Morphologie mit Hilfe eines CVD-gestützten Sinterprozesses (CVD – Chemical Vapour Deposition) in einem speziellen Hochdruck-Vakuumsystem bei Drücken von 8,0 – 10,5 GPa und Temperaturen von 1000 – 1500 °C mit nachfolgender mechanischer Zerkleinerung, chemischen Aufbereitung und entsprechender Korngrößen-Klassierung in poly-strukturierte NCF formiert.

*Technologische und erfindungs-spezifische Charakteristika:*

- Realisierung des Diffusionsprozesses eines kohlenstoffhaltigen Trägergases, erfindungsgemäß von Methan in das Raumporen-System der NCF-Strukturen.
- Formierung der  $sp^3$ -Hybridisation unter folgenden Bildungsparametern:
  - Massen-Geschwindigkeit,  $g / cm^2 / sek$ :

$$537,4 \exp \left[ -2,68 \times 10^5 / RT \right] \times CRT / 16$$

- Lineare-Geschwindigkeit,  $m / sek$ :

$$2,67 \exp \left[ -2,68 \times 10^5 / RT \right] \times CRT / 16$$

worin,  $R$  – Universelle Gaskonstante,  $C$  – Kohlenstoff-Konzentration in der Gasphase in  $g / cm^3$  und  $T$  – Temperatur in °K bedeuten.

Figur 9 zeigt die TEM-Aufnahme von poly-strukturierten NCF in Körnungsgrößen von etwa 2,0 – 5,5  $\mu m$ .

In Figur 10 ist die Produktionstechnologie schematisch dargestellt.

**Beispiel 3:** Herstellung und Verwendung von Nano-Partikel kombinierten multi-funktionalen NCF-Compounds zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften von Lacken (Coatings) am Beispiel eines 2K-PUR-Matt-Lacksystems

Die Modifizierung fertiger Lacksysteme mit NCF-Partikeln erfolgt erfindungsgemäß auf indirektem Wege, indem man die Nano-Partikel zunächst in einem möglichst polaren und gering viskosen Lösungsmittel, welches bereits Bestandteil des Lackes ist, vordispersiert. Diese Vordispersate werden zur Modifizierung von Lack-Systemen eingesetzt.

Zur Modifizierung des 2K-PUR Mattlackes wird ein n-Butylacetat Vordispersat eingesetzt, in dem 10% monokristalline NCF-Partikel und 2% des Dispersierhilfsmittel Disperbyk-2150 (Lösung eines Block-Copolymers mit basischen pigmentaffinen Gruppen) enthalten sind. Die Dispersierung der monokristallinen Partikel erfolgt zunächst in einem Ultraschallbad (2 x 600W/Per., 35kHz) und anschließend mit einer Ultraschall-Durchflußapparatur (HF Ausgangsleistung 200W, 20kHz). Zur Entfernung etwaiger Verunreinigungen wird ein Sieb mit einer Maschenweite von 65 $\mu m$  eingesetzt.

500g des 2K-PUR Lackes (Komponente 1) werden zunächst in einem Becherglas vorgelegt, und nacheinander mit 100g Sub- $\mu$ m-Glasflakes (Glasplättchen aus Borsilikatglas, mittlere Größe 15 $\mu$ m) und 15g nano-partikuläres Aerosil® R972 (hydrophobiertes, pyrogenes SiO<sub>2</sub>, mittlere Größe der Primärteilchen 16nm) versetzt. Die Dispergierung der Additive erfolgt im Ultraschallbad – hier: Glasplättchen 30min und Aerosil® R 972 60min. Anschließend werden 5g des n-Butylacetat Vordispergates eingerührt, und erneut im Ultraschallbad 60min homogenisiert. Das fertiggestellte Nano-Compound führt zu entsprechenden multi-funktionalen Verbesserungen der komplexen mechanischen Kenn- und Leistungsdaten des Matt-Lacksystems.

Die Applikation (Enabling) des modifizierten Lackes erfolgt entsprechend den Herstellerangaben, indem man die modifizierte Komponente 1 mit der vorgeschriebenen Menge Härter (Komponente 2) versetzt.

Getestet wurden u.a. vergleichende Veränderungen der Oberflächentexturen (Matlacke haben eine so unregelmäßige Feinstruktur der Oberfläche, dass das Licht in alle Richtungen gestreut wird, und kaum noch Spiegelwirkung vorhanden ist), der komplexen mechanischen Charakteristika sowie die Vernetzungsdichte des modifizierten und des Referenz-Lacksystem (nicht modifiziert).

Die Bewertung der Oberflächentextur nach Behandlung mit Stahlwollflies (maschinell), mit handelsüblicher Schleif- und Polierpaste erfolgte mikroskopisch bei 100facher Vergrößerung, und über die Bestimmung der Rauigkeitswerte mittels Perthometer M4Pi der Firma Mahr nach DIN EN ISO 4287.

Die ermittelten Rauigkeitswerte – insbesondere die Mittenrauhwerte  $R_a$  – verweisen auf eine wesentliche Verbesserung der Abriebfestigkeit sowie der Martens-Härte des modifizierten Lackes. Die Textur (Mattigkeit) der Lackoberfläche unterliegt im Vergleich zum Referenz-Lack nach den mechanischen Belastungen keine bzw. nur unwesentliche Veränderungen. Diese Ergebnisse werden durch die mikroskopischen Auswertungen wiedergegeben.

Figur 11 zeigt die Verbesserung der Abriebfestigkeit sowie der Oberflächen-Textur der NCF-verbesserten Lack-Systeme im Vergleich; Figur 12 – die Erhöhung der Martens-Härtewerte und die Verbesserung der Scheuerbeständigkeit.

**Beispiel 4:** Herstellung und Verwendung von Nano-Partikel kombinierten multi-funktionalen NCF-Compounds zur Verbesserung der tribologischen Eigenschaften (Gleiteigenschaften) von Gleitlacksystemen (Trocken-Schmiermittel) an Beispiel eines NCF-modifizierten Acrylat-Lackes auf Wasserbasis.

Erfindungsgemäß erfolgt die Modifizierung fertiger Lacksysteme mit NCF-Partikeln auf indirektem Wege, indem man die Nano-Partikel zunächst in einem möglichst polaren und gering viskosen Lösungsmittel, welches bereits Bestandteil des Lackes ist, vordispergiert. Diese Vordispergate werden zur Modifizierung von Lack-Systemen im weiteren eingesetzt.

Der Acrylat-Lack setzt sich aus zwei Komponenten zusammen. Komponente 1 enthält u.a. die Acrylkomponente (Mowilith), welche sehr scherempfindlich ist. Aus diesem Grunde wird hier die 2. Komponente modifiziert, deren Bestandteile im wesentlichen zur Viskositätseinstellung (Verdicker) fungieren.

Mischungsverhältnis: Komponente 1 - 86,4 Teile; Komponente 2 - 13,6 Teile

Zur Modifizierung der Komponente 2 wird ein wässriges Vordispersgat eingesetzt, in dem 5% monokristalline NCF-Partikel enthalten sind. Die Dispergierung der monokristallinen Partikel erfolgt zunächst in einem Ultraschallbad (2 x 600W/Per., 35kHz) und anschließend mit einer Ultraschall-Durchflußapparatur (HF Ausgangsleistung 200W, 20kHz). Zur Entfernung etwaiger Verunreinigungen wird ein Sieb mit einer Maschenweite von 38µm eingesetzt.

15,3g der Komponente 2 werden mit 200g des wässrigen Vordispersgates versetzt, und zur Viskositätseinstellung 75% des Wassers durch Temperierung auf 100°C entfernt. Die modifizierte Komponente 2 wird anschließend zu 85g der Komponente 1 eingerührt. Zur Homogenisierung und Stabilisierung wird der modifizierte Lack 30min im Ultraschallbad behandelt, mit 1,8g Tamol® NN 8906 (Naphthalinsulfonsäure-Kondensationsprodukt) versetzt und erneut 30min im Ultraschallbad dispergiert. Etwaige Verunreinigungen werden mit einem Sieb der Maschenweite von 180µm entfernt. Der fertig modifizierte Lack enthält 6,5 Gew-% NCF-Partikel und 1,3 Gew-% Tamol® NN 8906.

Durch die Modifizierung verbessern sich die Gleitreibungswerte im Vergleich zum nicht modifizierten Lack um mehr als das doppelte, wobei die guten Abriebsfestigkeiten (Taber-Abraser-Test) des Acrylat-Lackes beibehalten werden.

Im Vergleich zu kommerziellen PTFE- und MoS<sub>2</sub>-Gleitlack Systemen weist der NCF-modifizierte Acrylat-Lack bzgl. der Gleitreibungswerte eine geringe Besserstellung auf, wobei sich hier die Abriebsfestigkeit im Mittel um den Faktor 6 erhöht.

Ein Produktvorteil, der sich für den Anwender beim Einsatz von Gleitlacken zur Trockenschmierung vor allem in einer erhöhten Langzeit- und Lebensdauer-Schmierung und wirtschaftlichen Wertsteigerung auswirkt.

Figur 13 zeigt die Besserstellungsmerkmale in der Gegenüberstellung zu derzeit handelsüblichen Gleitlack- und NC-Härtelacken.

**Beispiel 5:** Herstellung und Verwendung einer wässrigen Nano-Suspension (Nano-Compound) für das Ultra-Präzisions-Polishing auf der Basis von Poly-NCF am Beispiel des Korngrößen-Bereiches 0 – 0,5 µm für hochtechnologische Anwendungen

Zur Herstellung dieser Nano-Suspension wird als Vorstufe erfindungsgemäß eine ca. 2%ige, pH-neutrale Basis-Suspension eingesetzt, welche für den speziellen Anwendungsfall auf ca. 1,5% verdünnt und mit verdünnter Natronlauge auf pH 8 eingestellt wird.

Die Basis-Suspension setzt sich aus dem Poly-NCF-System (0-0,5µm), destilliertem Wasser und den Stabilisatoren und Konsistenzregler Polyvinylpyrrolidon (PVP bzw. Polyvidon 25 (LAB), und nano-partikulärem Aerosil® A300 (pyrogenes SiO<sub>2</sub>, mittlere Größe der Primärteilchen 7nm) zusammen.

Zur Herstellung der Suspension werden erfindungsgemäß 100g der Poly-NCF-Partikel portionsweise in 5kg Wasser eingerührt und zunächst 3h in einem Ultraschallbad (2 x 600W/Per., 35kHz) dispergiert. Zur weiteren Dispergierung wird das Dispersgat anschließend 45min mit einer Ultraschall-Durchflußapparatur (HF Ausgangsleistung 1000W, 40kHz) behandelt. Die Abtrennung etwaiger Verunreinigungen erfolgt mit einem Sieb der Maschenweite von 38µm.

Die Stabilisierung erfolgt durch Zugabe von 250g Aerosil® A300 und 10g einer 5%igen, wässrigen PVP-Lösung. Anschließend wird der Ansatz erneut 45min mit der Ultraschall-Durchflußapparatur dispergiert.

Die Herstellung der speziellen pH 8 Suspension – Ansatz ca. 4,8 kg – erfolgt durch Verdünnung von 3,6 kg der Basis-Suspension mit 1,2 kg dest. Wasser (im Verhältnis 3 : 1, w : w) und anschließender Homogenisierung im Ultraschallbad für 15 min. Der pH-Wert der Suspension wird mit einer 1,5%igen Natronlauge auf  $\text{pH } 8 \pm 0,2$  eingestellt. Richtwert ca.  $9 \pm 2 \text{ ml verd. Natronlauge / kg Suspension}$ .

Zusammensetzung des Nano-Compound in Gewichtsprozent:

Poly-NCF (0-0,5 $\mu\text{m}$ ):	1,4%
dest. Wasser:	95,0%
Aerosil® A300:	3,6%
Polyvidon:	0,007%
NaOH (s):	$0,012 \pm 0,004\%$

*Erzielte Test-Parameter und Leistungs-Charakteristika:*

Einsatzgebiet: Ultrapräzise Endpolitur von planen Spezial-Stepper-Optiken aus  $\text{CaF}_2$   
 Testversuche:

▪ Versuchsvorbereitung

Ein rundes  $\text{CaF}_2$ - Teil bei dem ein kleiner Bereich mit Schutzlack abgedeckt wird, um so den Zustand vor Ätz-/Löseangriff des Poliermittels zu konservieren.

▪ Versuchsablauf

Die zuvor angegebene Spezialoptik wird nach einem Standardverfahren (Figur 14: „Standardversuch zur Bewertung der Poliermittel“) zur Hälfte mit einem rotierendem Werkzeug, belegt mit einem weichen Poliertuch, bearbeitet, um Konstantabtrag zu erreichen. Bearbeitung erfolgt in senkrechten Mäanderbahnen vom linken Rand beginnend.

Ca.  $\frac{1}{2}$  Liter der Suspension wird im Umlauf hinzu gegeben. Bearbeitungszeiten lagen zwischen 30 Minuten bis 5 Stunden.

In gleichem beschriebenen Ablauf wurden Versuche mit Wettbewerbs-Standard-Produkten als Vergleichsbasis durchgeführt.

▪ Ergebnisse

- Mittlerer Abtrag mit dieser neuen Suspension 800 nm (Vergleich mit Standard-D 0,25er Suspensionen 300 bis 500 nm)
- Erreichte Mikrorauhigkeiten: Figur 15
  - bei 2,5 x = 1,1 bis 1,2 nm (Vergleich mit Standard D 0,25 = 1,3 bis 1,7 nm)
  - bei 20 x = 0,6 bis 0,7 nm (Vergleich mit Standard D 0,25 = 1,1 bis 1,7 nm)

- Kratzerstatus: Figur 16

Bei dieser neuen Suspension (gemessen im Dunkelfeldmikroskop – 200fache Vergrößerung) abzählbar wenige, an der Grenze der Sichtbarkeit liegende Kratzer (Vergleich mit Standard D 0,25 = deutliche und mehr Kratzer sichtbar – rechtes Bild)

■ Endbeurteilung

Im Vergleich mit anderen getesteter Suspensionen auf Diamantbasis der 0,25µm-Klasse, stellt die getestete neue Suspension mit Poly-NCF ein Optimum hinsichtlich Abtragsleistung, Mikrorauigkeit, Passeausbildung und Verkratzung der Topographie dar. Auch hat sich gezeigt, daß mit dieser neuen Suspension eine Trocknungskompensation durch Zugabe von Wasser möglich ist, ohne damit kratzende Agglomerate zu provozieren.

Dadurch ist eine Verwendung dieser neuen Suspension für die Herstellung von Spezial-Stepperoptiken (Bereich Lithographie) auch unterhalb der von der Industrie angestrebten 157-er Nanotechnologie gewährleistet.

Figur 17 zeigt die zusammengefassten Leistungsergebnisse im Vergleich zu derzeit auf dem Markt eingeführten Best-off-Ultra-Polishing-Systemen.

**Beispiel 6:** Herstellung und Verwendung einer wasserlöslichen Poly-NCF-Paste (wasserfrei) für das Ultra-Präzisions-Polishing am Beispiel des Korngrößen-Bereiches 0,5 – 1,0 µm für hochtechnologische Anwendungen

Bei diesem erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung einer wasserfreien Polierpaste bestehend aus Poly-NCF-Poliersystem, Bindemittel und Konsistenzregler wird das Polierkorn – hier 0,5-1µm – zunächst in destilliertem Wasser vordispersiert. Zum Vordispersgat wird anschließend als Konsistenzregler nano-partikuläres Aerosil® A300 (pyrogenes SiO<sub>2</sub>, mittlere Größe der Primärteilchen 7nm, Quelle) hinzugegeben und dispersiert, das Bindemittel – hier Polyethylenglycol mit Molekular-Kettenlänge (PEG 400) – eingerührt und das destillierte Wasser quantitativ entfernt.

Zur Herstellung des Vordispersgats werden 40g des NCF-Poliersystems portionsweise in 2kg Wasser eingerührt und zunächst 2h in einem Ultraschallbad (2 x 600W/Per., 35kHz) dispersiert. Zur agglomeratfreien Dispersierung wird das Dispersgat weitere 40min mit einer Ultraschall-Durchflußapparatur (HF Ausgangsleistung 200W, 20kHz) behandelt. Die Abtrennung etwaiger Verunreinigungen erfolgt mit einem Sieb der Maschenweite von 38µm.

Für die Herstellung von ca. 50g Polierpaste werden 125g des Vordispersgats in einem Becherglas vorgelegt, Aerosil® A300 eingerührt und solange im Ultraschallbad dispersiert, bis mikroskopisch bei 100-facher Vergrößerung keine Aerosil-Flocken erkennbar sind – hier 15 min. Anschließend werden 38,75g Polyethylenglycol eingerührt, und das Wasser durch eine Temperierung auf bis zu 150°C quantitativ (< 0,5%) entfernt.

Zusammensetzung in Gewichtsprozent:

Poly-NCF (0,5-1,0 $\mu\text{m}$ ):	5,5%
Aerosil® A300:	9,5%
PEG 400:	85,0%

*Erzielte Test-Parameter und Leistungs-Charakteristika:*

Einsatzgebiet: Ultrapräzise Endpolitur von sphärischen Spezial-Stepper-Optiken aus  $\text{CaF}_2$  mit Polierpads, versehen mit Spezialpechbeschichtung

Testversuche:

▪ Versuchsvorbereitung

Runde  $\text{CaF}_2$  – Teile mit Radius 117 bispärisch, erhaben (Ober- und Unterpolitur) und Radius 208 hohl (Oberpolitur – nicht zu bearbeitende Seite mit Schutzlack beschichtet).

▪ Versuchsablauf

Die zuvor angegebenen Spezialoptiken werden in automatische Poliergeräte eingespannt. Dann wird Polierpaste (1 – 2 g) aufgegeben und die Paste wird zuerst von Hand mit dem später maschinell benutzten Pechpolierpad (Pad) verteilt. Nach der gleichmässigen Verteilung der Paste wird das Pad ebenfalls in das Poliergerät eingespannt. Nach einem Standardverfahren (kreisend und seitwärts bewegend, mit geringer Gewichtsauflage von 0,5 bis 1 kg) wird nun die Spezialoptik ganzflächig bearbeitet.

In gleichem beschriebenem Ablauf wurden Versuche mit Wettbewerbs-Standard-Produkten als Vergleichsbasis durchgeführt.

▪ Ergebnisse

- Mittlerer Abtrag mit dieser neuen Paste 950 nm (Vergleich mit Standard-Pasten 400 bis 600 nm)
- Erreichte Mikrorauigkeiten  
bei 2,5 x = 0,1 bis 0,12 nm – Figur 18 (Vergleich mit Standard-Paste = 0,2 bis 0,6 nm – Figur 19)  
bei 20 x = 0,4 bis 0,6 nm (Vergleich mit Standard-Paste = 0,9 bis 1,5 nm)
- Kratzerstatus  
Bei dieser neuen Paste – Figur 18 (gemessen im Dunkelfeldmikroskop – 200fache Vergrößerung) praktisch keine, bzw. an der Grenze der Sichtbarkeit  
Liegende, Kratzer (Vergleich mit Standard-Paste = deutliche Kratzer sichtbar – Figur 19)

▪ Endbeurteilung

Im Vergleich mit anderen getesteten Pasten auf Diamantbasis der 0,5 µm-Klasse stellt die getestete neue Paste mit Poly-NCF ein Optimum hinsichtlich Abtragsleistung, Mikrorauigkeit, Pässeausbildung und Verkratzung der Topographie dar. Auch hat sich gezeigt, daß mit dieser neuen Paste eine Trocknungskompensation durch Zugabe von Wasser möglich ist, ohne damit kratzende Agglomerate zu provozieren.

Dadurch ist eine Verwendung dieser neuen Paste ebenfalls für die Herstellung von Spezial-Stepperoptiken (Bereich Lithographie) auch unterhalb der von der Industrie angestrebten 157-er Nanotechnologie gewährleistet.

Figur 20 zeigt entsprechend zusammengefasste Vergleichsergebnisse.

In Figur 21 sind weitere Leistungsergebnisse mit Poly-NCF-Compounds bei der Oberflächenbearbeitung hochtechnologischer Materialien und Elemente, vorrangig der Hochleistungselektronik und-optik dargestellt.

Hückelhofen, Dezember 2003

et.al

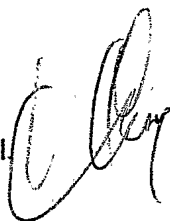


Fig. 1

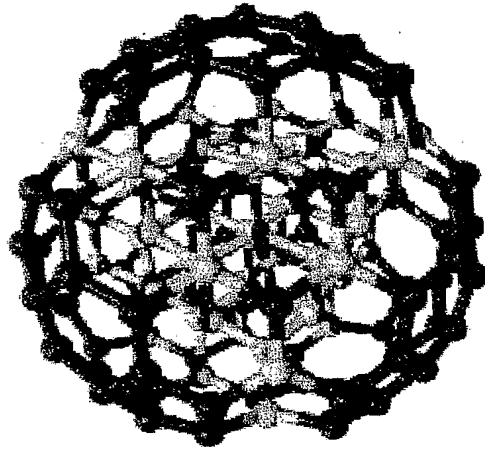




Fig. 2

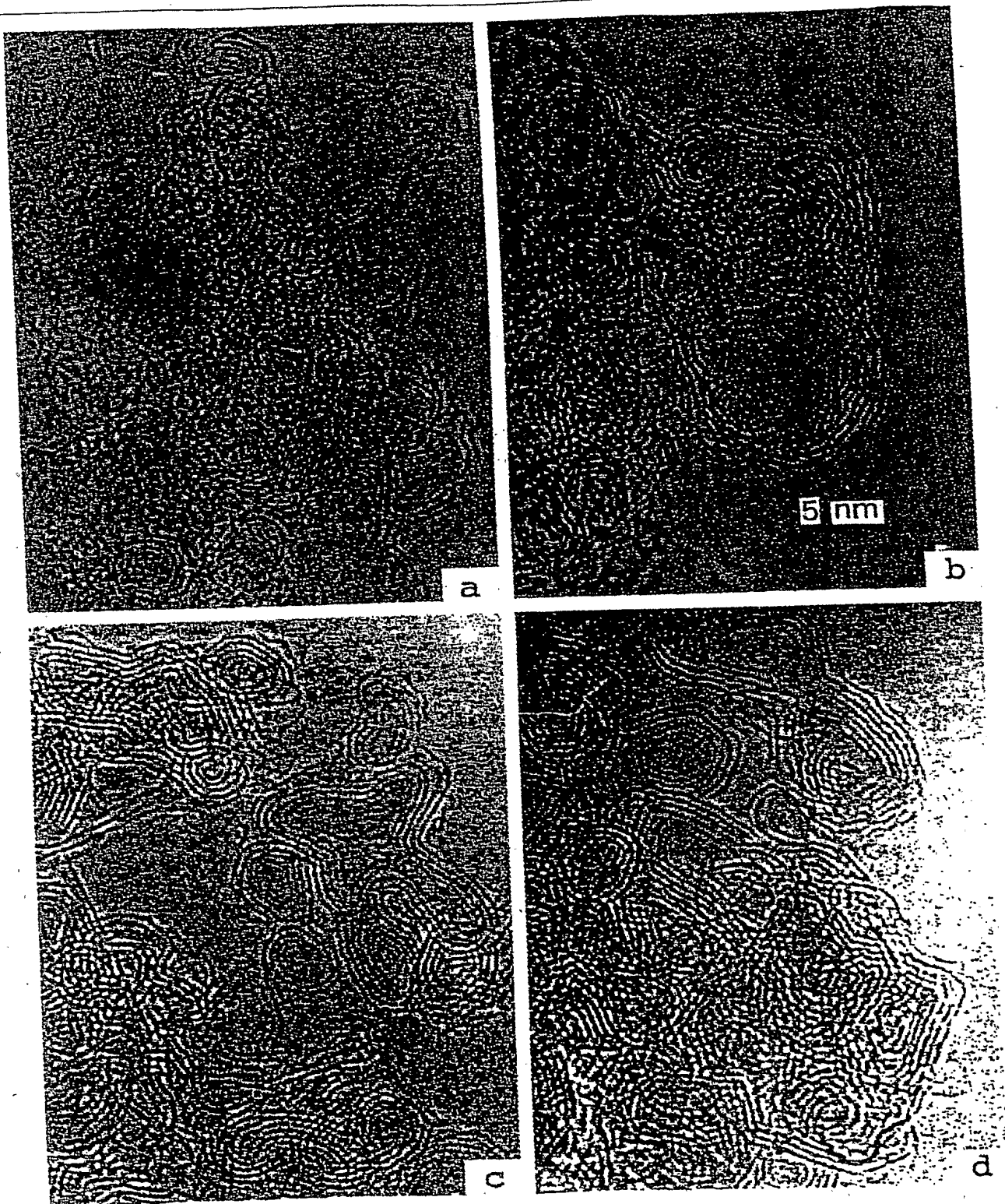


Fig. 3

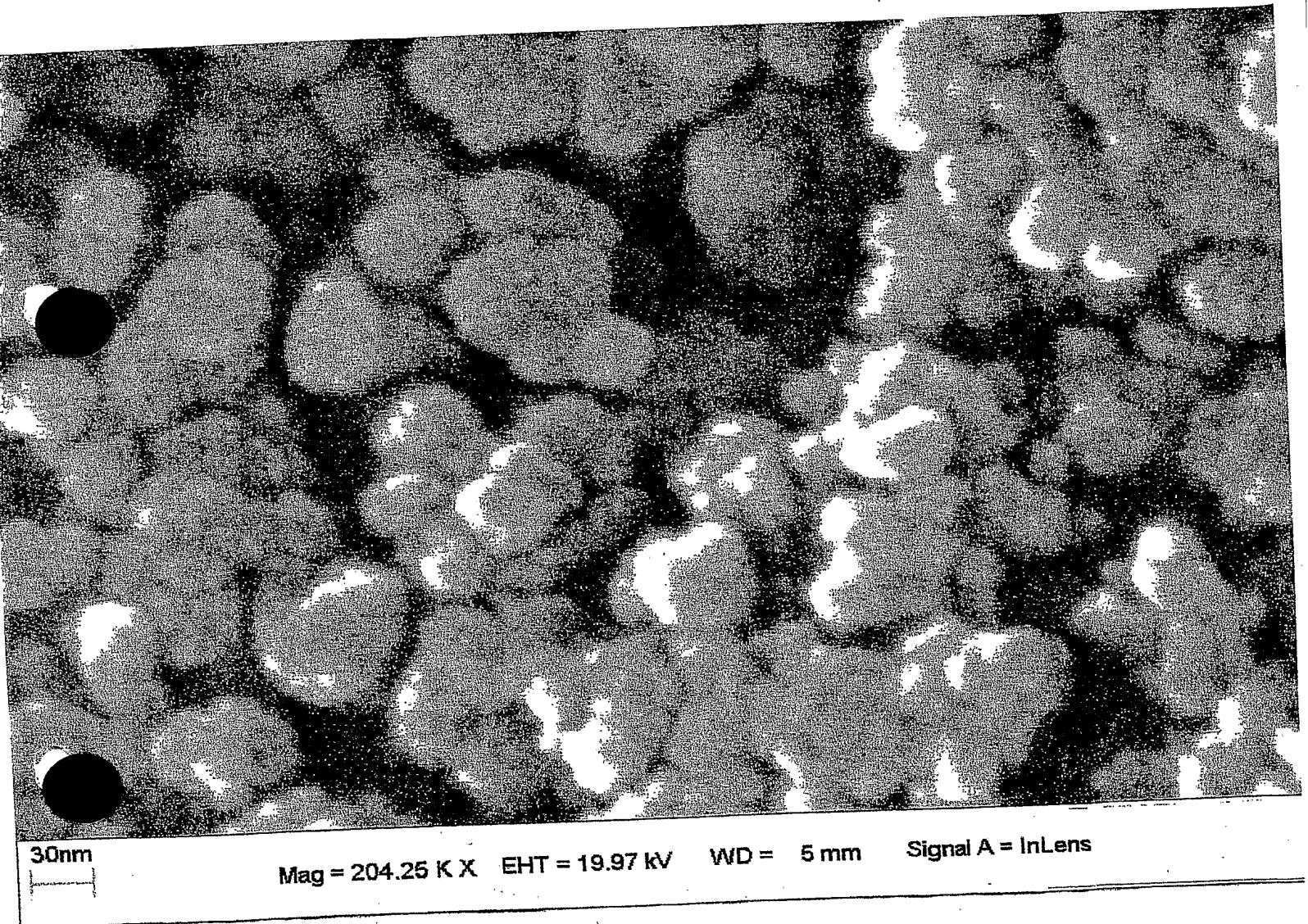


Fig. 4

**Schema Oberflächen-Modifizierung**  
von NCF- und Nanoverbund-Materialien bei der  
Herstellung von multifunktionalen Nano-Compounds

energetische Oberflächen-Charakteristika  
(spezifische Oberfläche, Adsorptions-  
und Zeta-Potential, ...)

hydrophile / hydrophobe Balance

heterogene  
Charakteristika

homogene  
Charakteristika

hydrophobe  
Oberfläche

hydrophile  
Oberfläche

Adsorbenten

- Speicher
- Filter
- Katalysatoren

organische Matrix (Polymere)

- Lacke, Coatings
- Kunststoffe
- Öle, Fette
- Wachse

polykristalline  
NCF-Systeme

Polier-Pasten

- UPP
- CMP

Polier-Suspensionen

- UPP
- CMP
- MRP

Elektrolyte

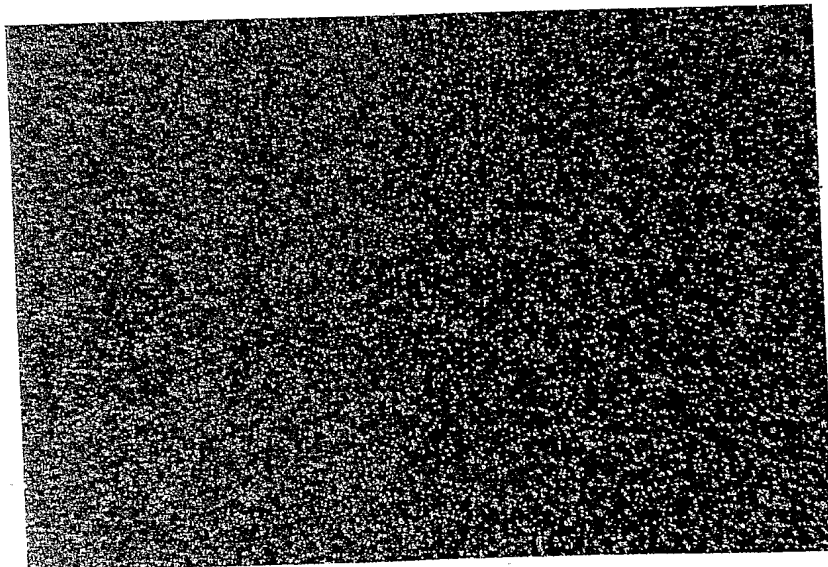
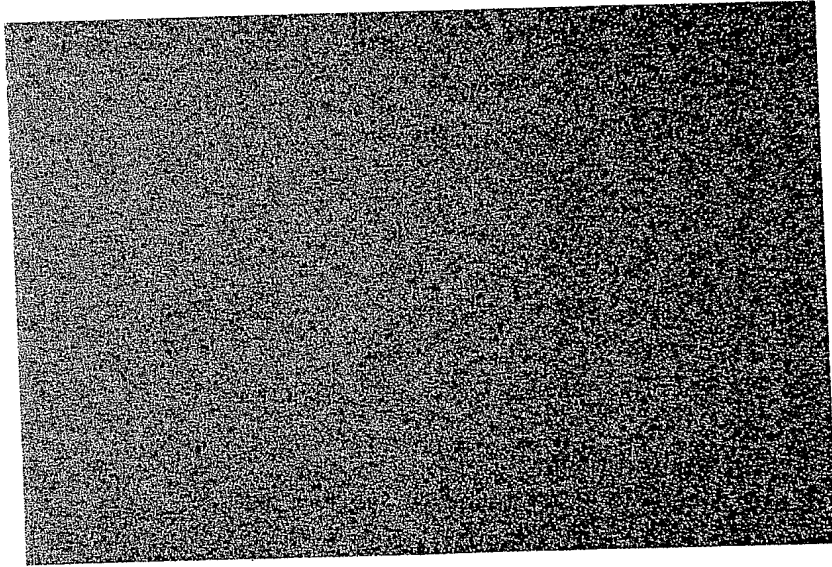
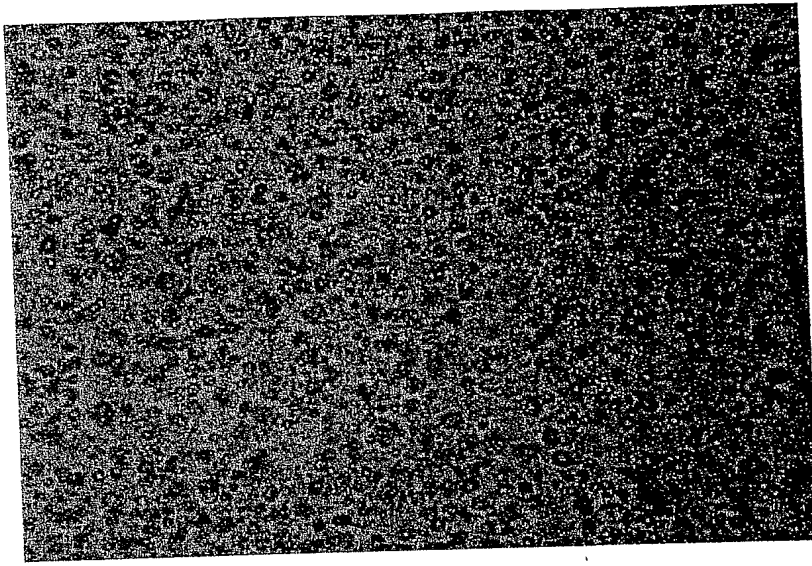
- galvan. Beschichtungen

elektro-chem. Systeme

- el.-chem. Beschichtungen

Fig. 5

10



Eigenschaften		
Nano-Carbon-Fullerene (NCF)		
Morphologie / Modifikation	$sp^3 = 100\% [(111)50/37=2 \text{ theta}] // sp^2$	
Kristallform	Kristallit/sphärisch $\gg C_{240}$	
Körnungsbereich, norm.	0,005 - >50	$\mu\text{m}$
Cluster-Festigkeit	24,8 - 35,9	N
Dichte, pykrometrische	3.40	$\text{g} / \text{cm}^3$
Oberfläche, spezifische	120 - 530	$\text{m}^2 / \text{g}$
Magnetisierbarkeit, mittlere	$< 4 \times 10^{-8}$	$\text{m}^3 / \text{kg}$
Scratch hardness (Mohs Scale)	10	M
Anteile, flüchtige	< 3	%
Zeta-Potential	(-)20 - (+)10	mv
Optische Charakteristika		
Refractive index (Hg green 546,1 nm)	2,5563	
C-line (656,28 nm)	>2,4099	
D-line (589,29 nm)	>2,41726	
F-line (486,13 nm)	>2,43554	
Near cut-off (UV at 226,5 nm)	2,7151	
Brewster Winkel (at D-line)	67,53	grad (°)
Reflection (normal incidence)	0,17	
Optical transparency (225 nm - 2,5 $\mu\text{m}$ )	> 6,0	$\mu\text{m}$
Visible region	400 - 700	nm
Produktcharakteristika		
Wärmeleitfähigkeit	1300 - 2100	$\text{W} / \text{mK}$
Thermodiffusität	7.0 - 11.0	$\text{cm}^2 / \text{s}$
Ausdehnungskoeffizient, linear	$1.1-3.6 \times 10^{-6}$	$/ \text{K}$
Oxidationstemperatur, freie Atmosphäre	350 - 420	°C
Graphitisierungstemperatur, Vakuum	1100 - 1250	°C
Physik.-chem. Thermodyn. Charakteristika		
$P / P_s (=0,05/0,7)$	$\gg 3.3 / 0.65$	$\text{J} / \text{m}^2 \text{ at}$
$V(\text{micropore})$	0.000294	$\text{cm}^3 / \text{g}$
$A(\text{micropore})$	24.377	$\text{cm}^2 / \text{g}$
$\Delta C_s$	3000	$\text{mJ} / \text{mole} \times \text{g}$
$V_{\text{por}} / D_{\text{por}}$	1,8/30	$\text{cm}^3 \text{g}^{-1} / \text{nm}$
$d(P/P_s)$	<735	$\text{J} / \text{g}$
$V_{\text{ads}} / d$	500/1,5	$\text{cm}^3 \text{g}^{-1} / \text{nm}$

Fig. 7

22





# Produktionstechnologie, beispielhaft

Technologisches Fluß-Schema

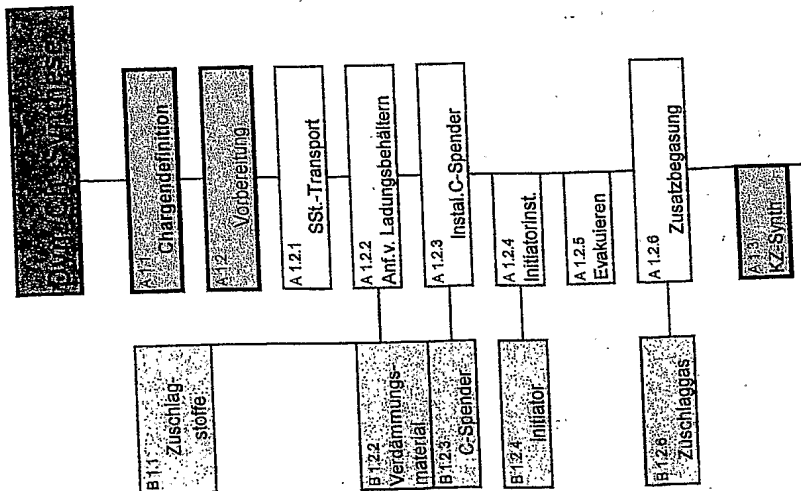
cpa1.xls

Nano-Carbon-Fullerene ↔ NCF

Nebenprod.

Einsatzstoffe

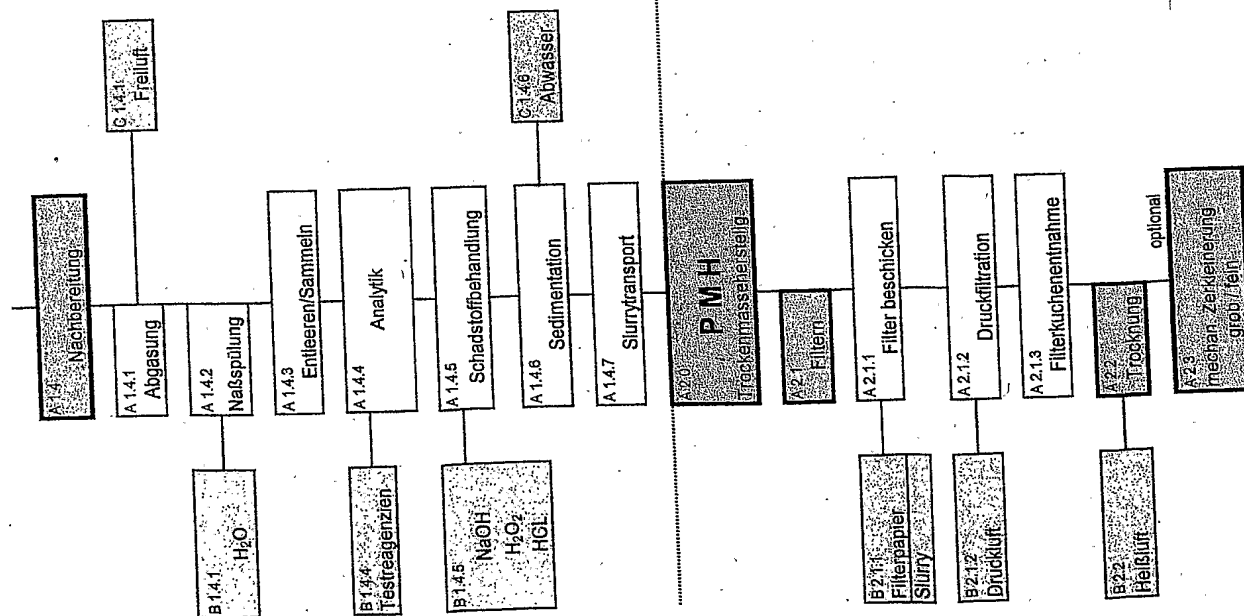
Vorgang



technische Schritte			Betriebsmittel / Hilfsstoffe		
Objekt	Zeit [h]	Personal	AZ [h]	Objekt	Spezifizierung
A 1.1				B 1.1	Zuschl.st.
A 1.2.1	17.0 / 6.0	2 bzw. 1	17.0 / 6.0		
A 1.2.2 bis A 1.3	2.0	2	2.0	B 1.2.2	Diesel / Spesen Verd.mat.
				B 1.2.3	SStx/150
				B 1.2.4	...
				B 1.2.6	N <sub>2</sub> (techn)
					5 Fl.
					31.50
					0.50
					20.00
					1.30
					...

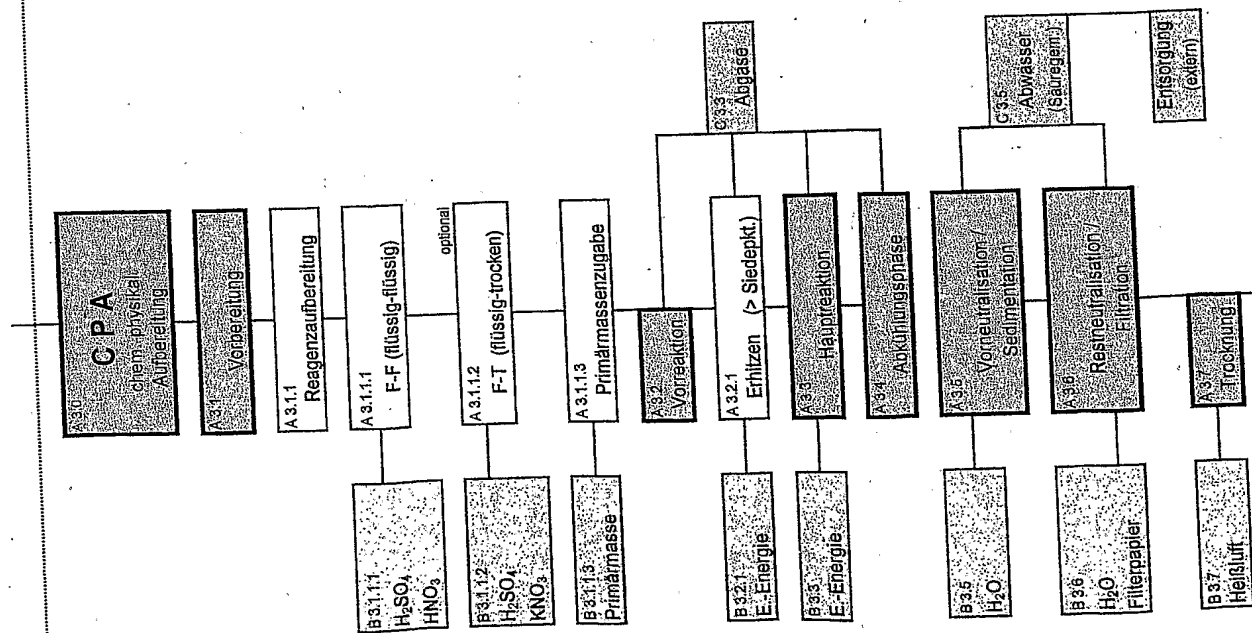
Fig. 8/2

24



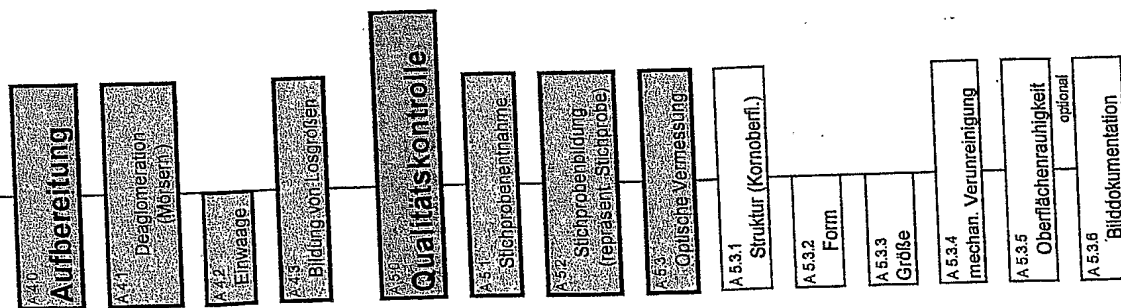
A 1.4 bis A 1.4.3	4.0	2	4.0	B 1.4.1	H <sub>2</sub> O	500	0.0056/l
A 1.4.4	0.75	1	0.25	B 1.4.2	Testreag.	1	30.00
A 1.4.5	24	1	0.25	B 1.4.5	NaOH H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> HCL	0.1 0.2 0.1	0.49 3.00 0.39
A 1.4.6	24	1	0.5				
A 1.4.7	0.5	1	0.5				
A 2.1 bis A 2.1.3	7.0	1	5.0	B 2.1.1	Filterpapier	40	1.00
				B 2.1.2	E.Energ.	20	0.25
A 2.2	24	1.0	0.5	B 2.2	E.Energ.	48	0.25



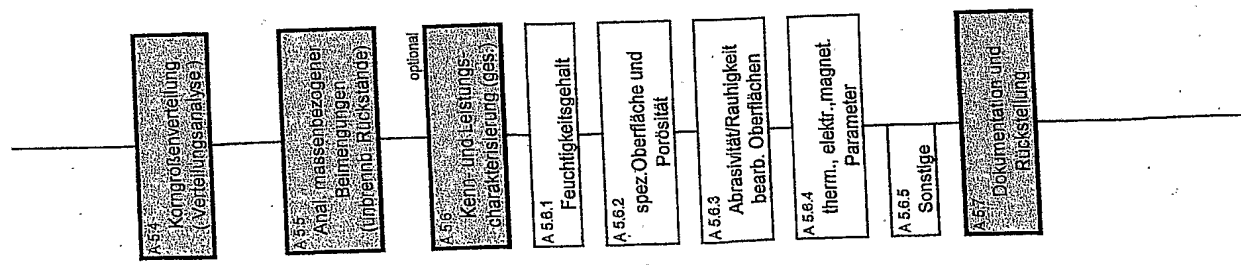


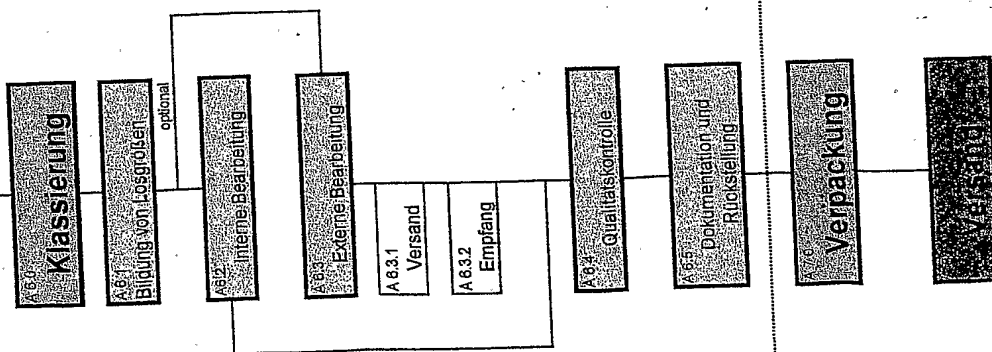
A 3.1.1	0.5	1	0.5	B 3.1.1.1	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> HNO <sub>3</sub>	5.01 1.51	0.64 0.56
A 3.1.1.3	0.25	1	0.25	B 3.1.1.2	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> KNO <sub>3</sub>	5.01 0.2 g	0.64 2.00
A 3.2	1.0	1	0.1				
A 3.2.1	1.5	1	0.25	B 3.2.1	E-Energ.	12	0.25
A 3.3	3-5 / 3	1	...	B 3.2.1	E-Energ.	60	0.25
A 3.4	10.0	1	0.5				
A 3.5	4.5	1	...	B 3.5	H <sub>2</sub> O		0.0056
A 3.6	12.0	1	...	C 3.5	Abwasser	20	1.30
				B 3.6	H <sub>2</sub> O Filterpapier	20	0.0056 1.00
A 3.7 C 3.5	2.0 0.5	1 1	0.25 0.5	B 3.7	E-Energ.	4	0.25

25



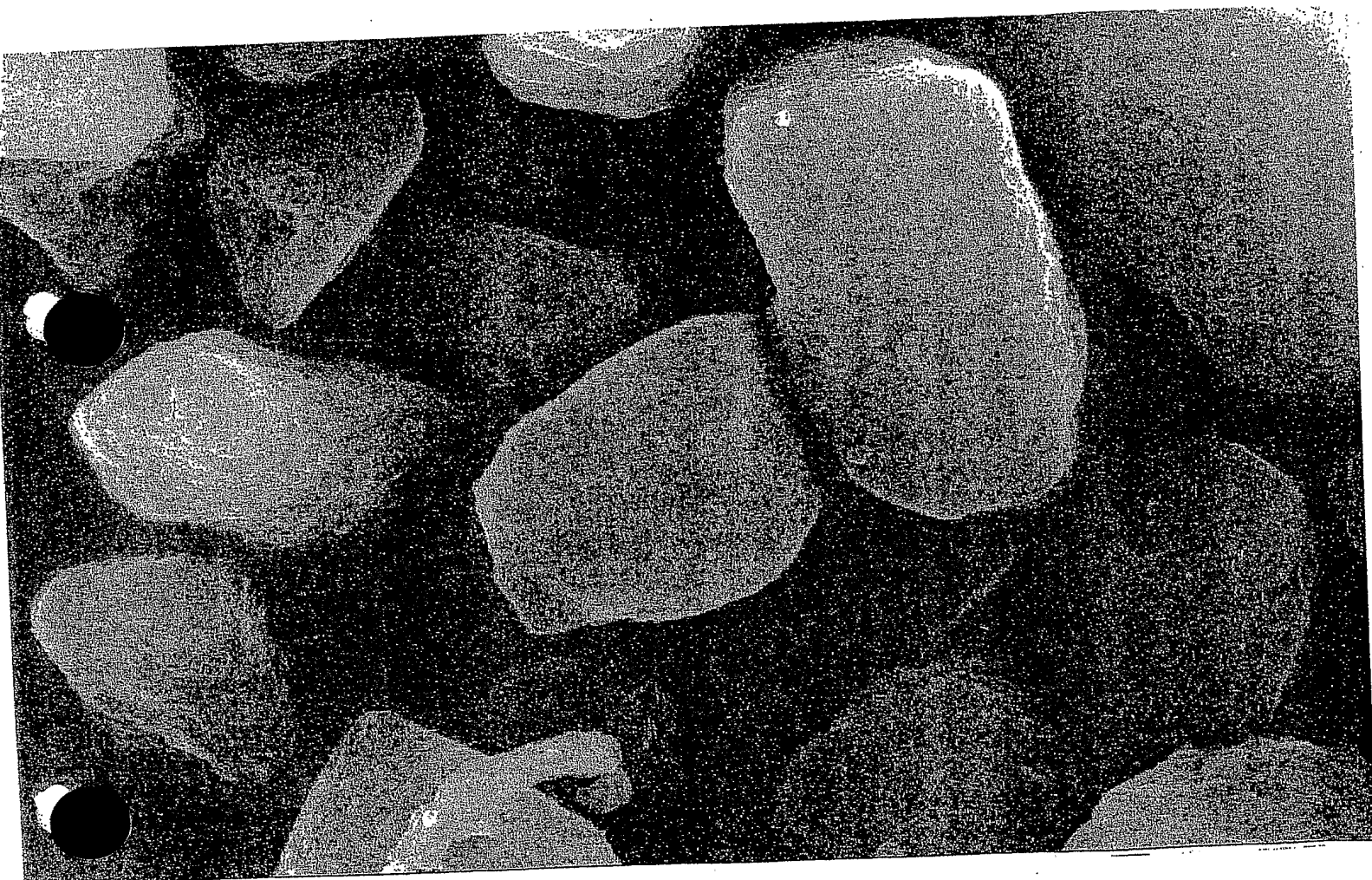
26





29

Fig. 9

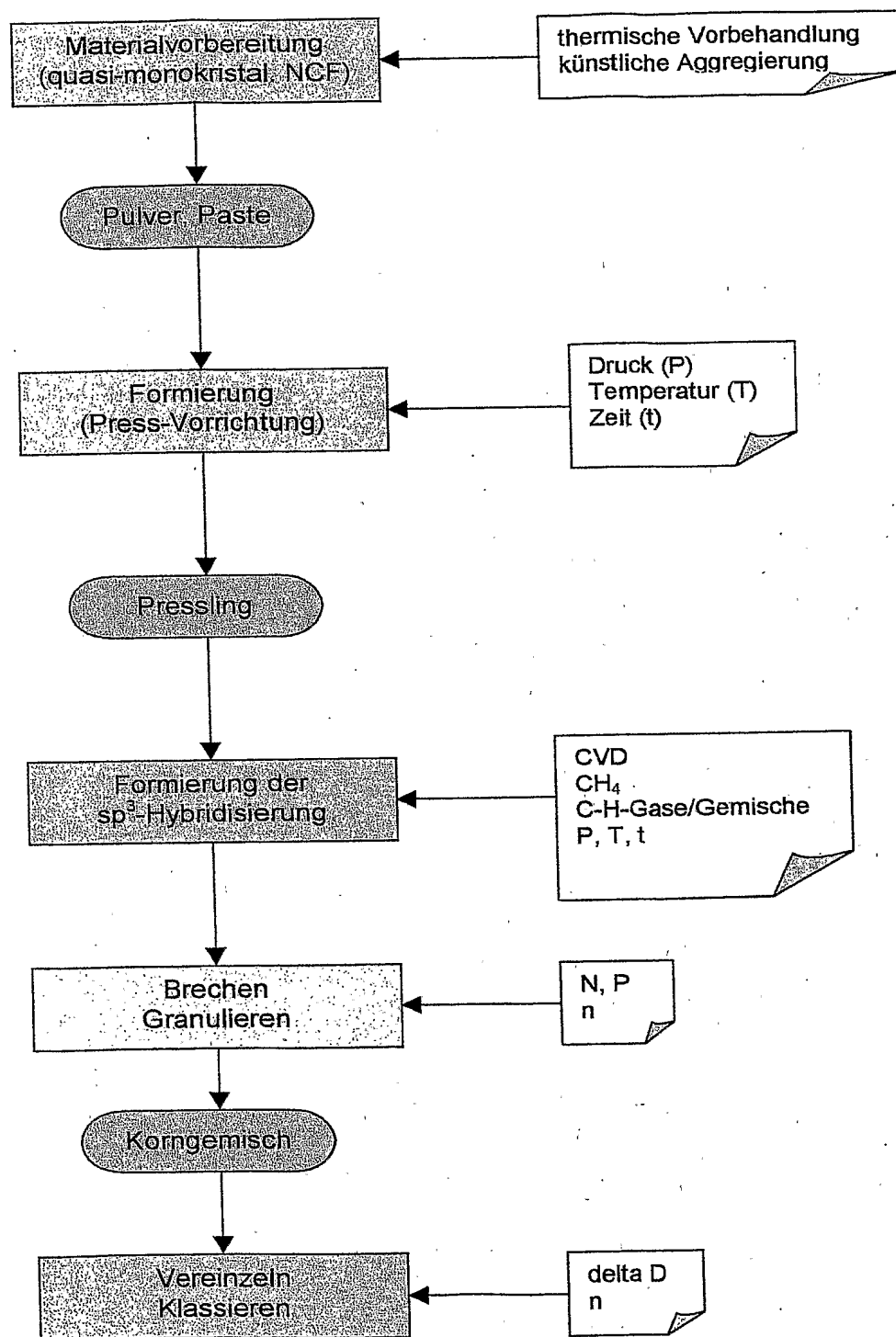


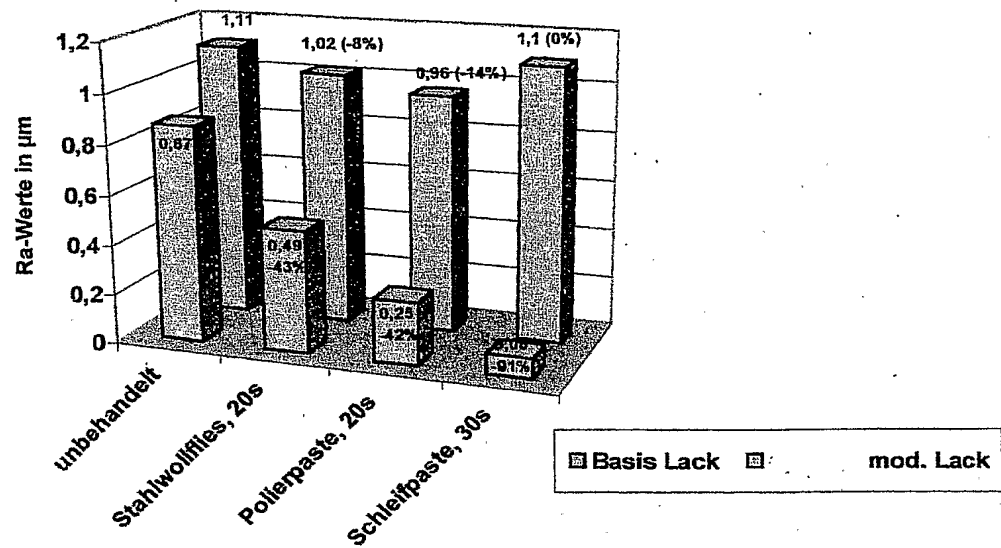
1 $\mu$ m

Mag = 10.09 K X EHT = 19.97 kV WD = 7 mm Signal A = InLens

Fig. 10

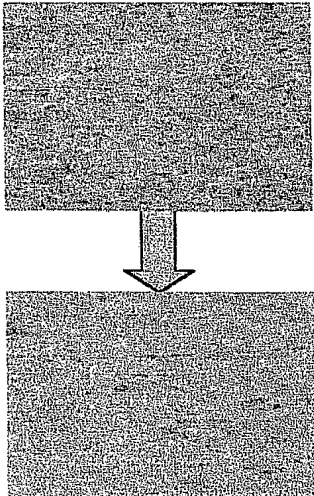
# Produktions-Technologie Poly-NCF





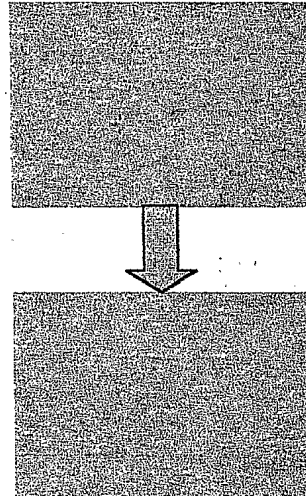
**Abriebfestigkeit (Rauheitsmessungen) NCF- modifizierter 2K-PUR-Mattlacke**

**Basis 2K PUR – Mattlack**



nach 30 sec. Politur

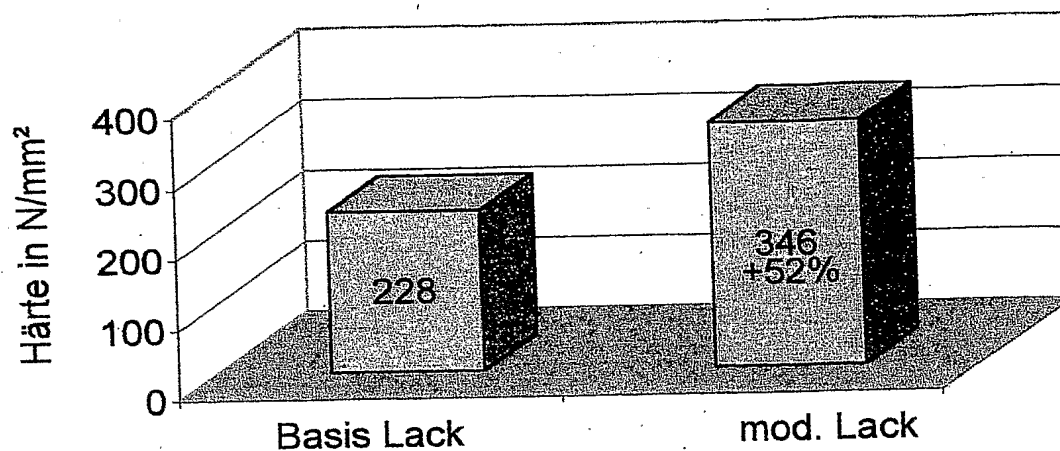
**NCF- mod. PUR – Mattlack**



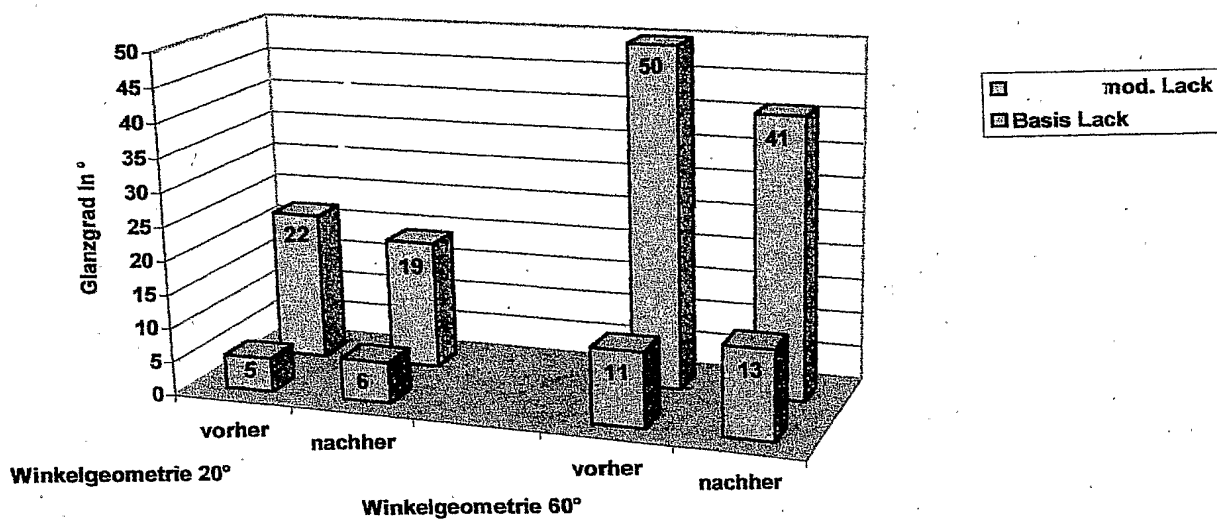
nach 30 sec. Politur

**Aufnahmen der Oberflächenstruktur (Textur) von normalen und modifizierten Mattlacken vor und nach der Politur mit Diamant-Paste**

Fig. 12



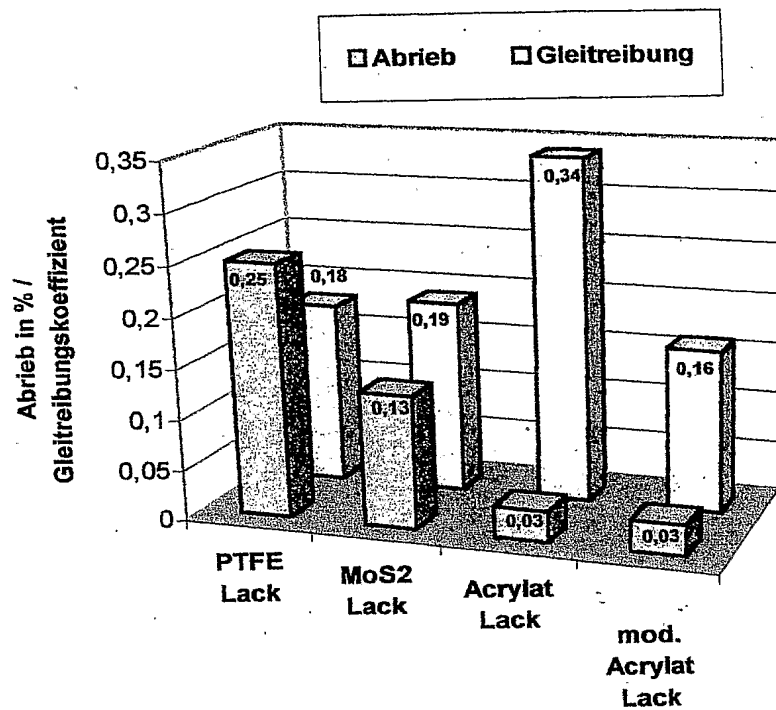
**Vergleich der Martenshärte von Basis - (Referenz)-Mattlack und NCF-modifiziertem Lack**



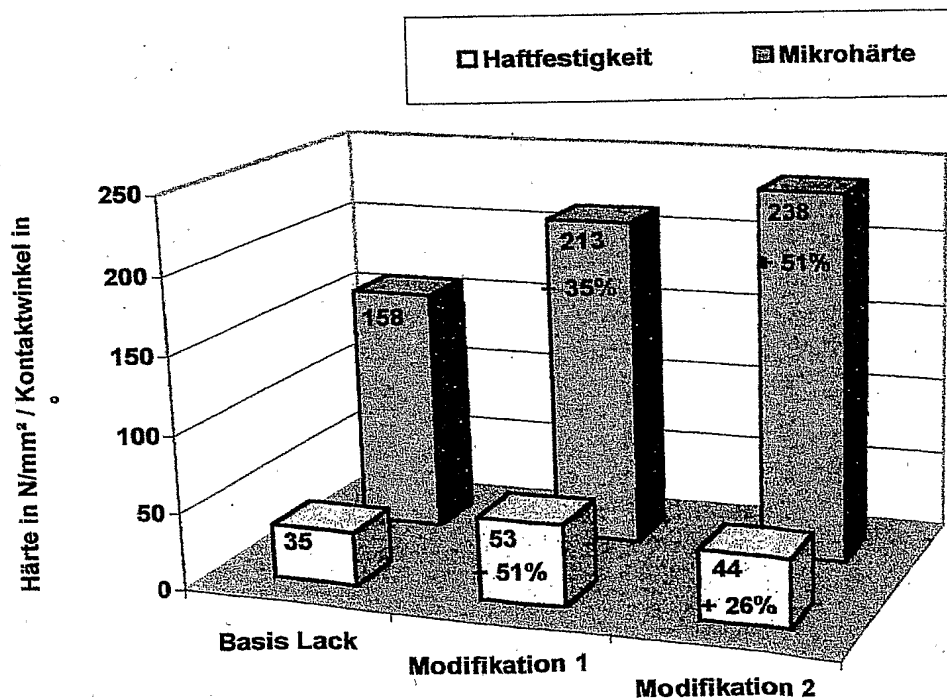
**Scheuerbeständigkeit über Glanzgradbestimmung von Matt-Lacken im Vergleich**



Fig. 13



**Abriebfestigkeit (Taber Abraser Test) und Gleitreibungswerte ausgewählter Lacksysteme**



**Mikrohärte (HV) und Haftfestigkeit (Kontaktwinkel) von NC-Lacken**

# Standardversuch zur Bewertung der Poliermittel

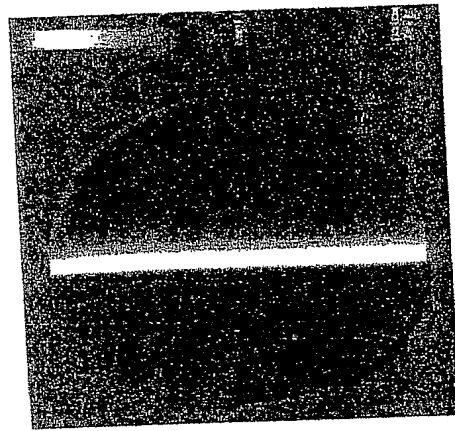
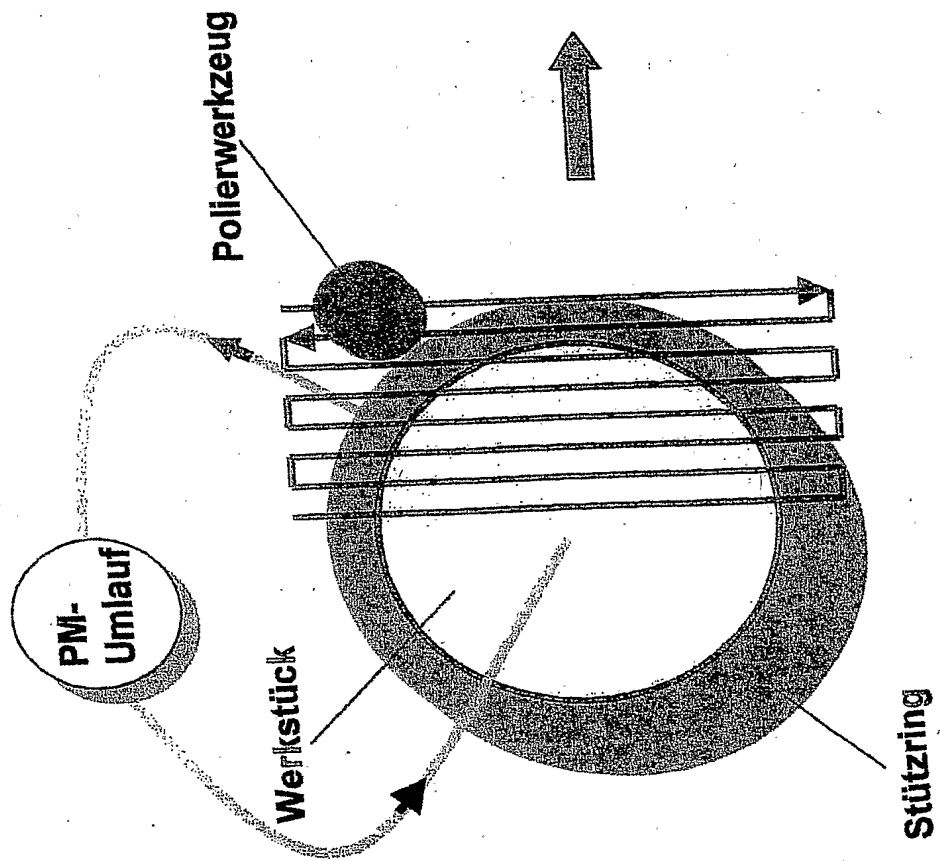


Fig. 14

Fig. 15

Mikrorauhigkeit 2,5x: 1,1- 1,2 nm (zum Vergleich Standard- D0,25: 1,3 -1,7 nm)  
 Mikrorauhigkeit 20x: 0,6 - 0,7 nm (zum Vergleich Standard- D0,25: 1,1-1,7 nm)

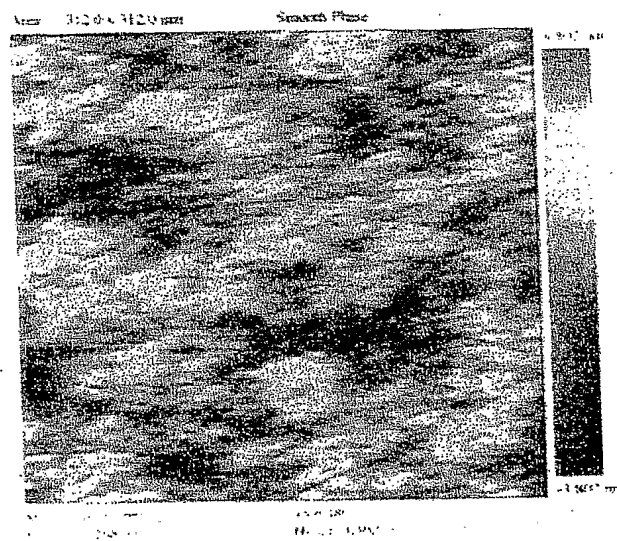
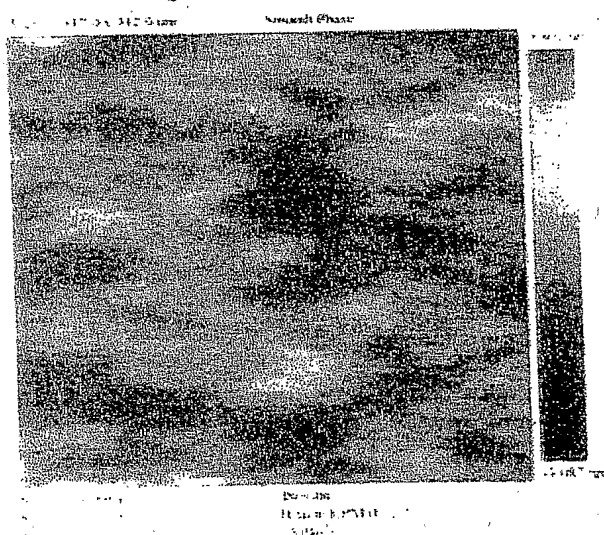
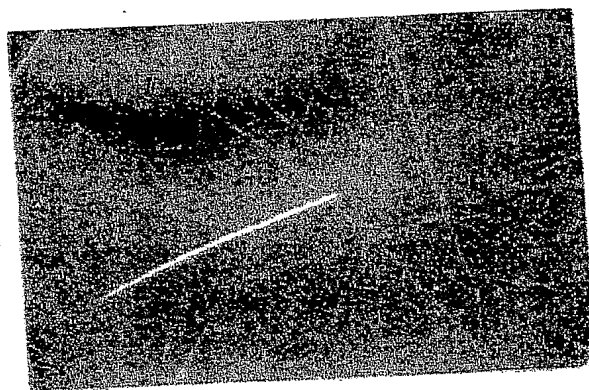
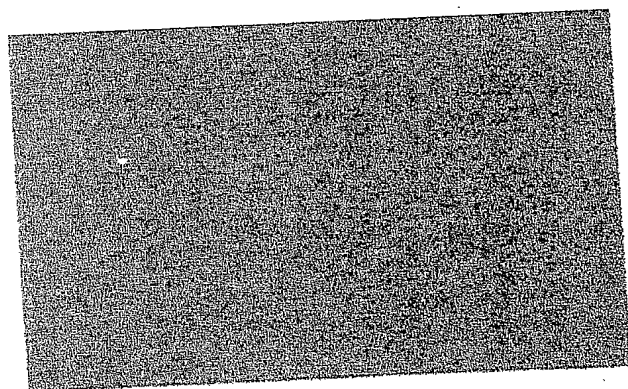


Fig. 16



**„Test der Suspension NCF P 0-0,5/8-EM für die CCP-Politur“****Haupttestkriterien:**

- mittlerer Abtrag
- Abtrag am Rand
- zeitliche Konstanz
- Kratzerstatus
- u.a.

Kriterium	Bewertung	NCF-System	Referenz-Systeme
Abtrag	bis zu 100% höher	800 nm	300 – 600 nm
Abtragsverhalten	Anstieg der Abtragsleistung um 10-20%		
Mikrorauhigkeit	bis zu 100% bessere Qual. (s. Grafik)	0,12 - 0,4 nm	1,1 - 1,7 nm
Kratzer	deutlich weniger (s. Bild)		
Ätz- u. Löseverhalten	generell keines		
Verdünnbarkeit	bis 100% ohne Leistungs- u. Qualitätsverlust		
Eintragsverhalten	hohes Adsorptionpotential		
Stabilität der Susp.	chemisch stabil über lange Laufzeit (20 h)		

Fig. 18

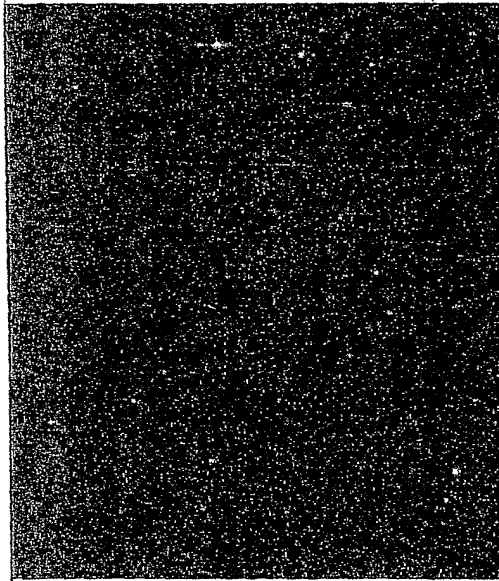
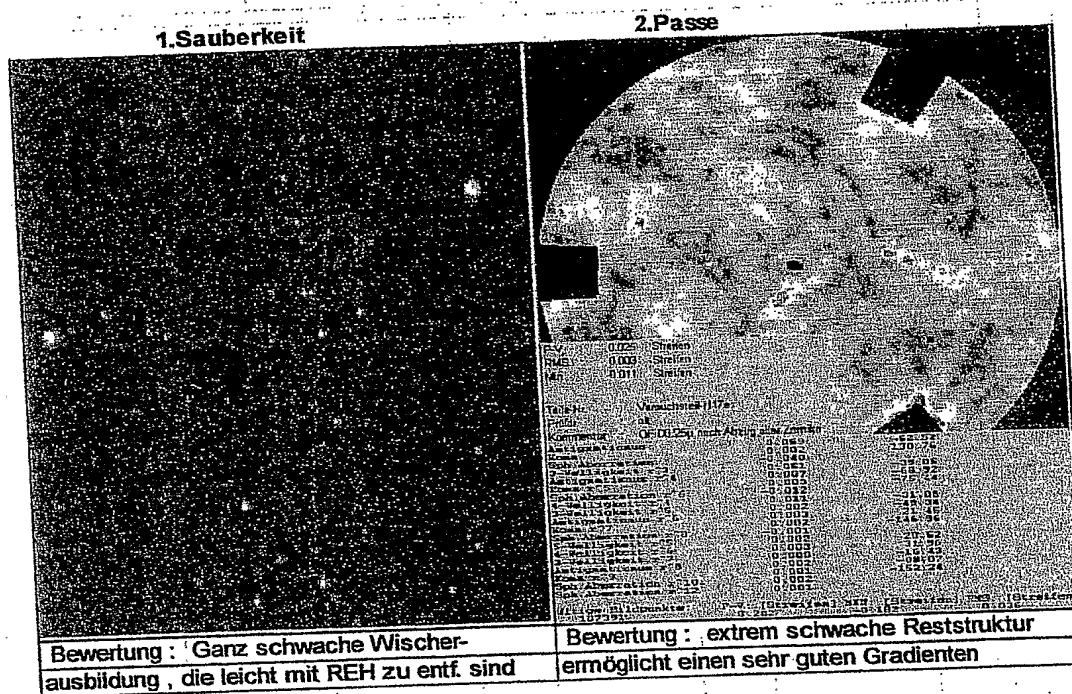
Pech : Gug 55/64		Polierzeit : 30min laufen lassen und 20 min wetzen													
<b>1.Sauberkeit</b>	<b>2.µ-Rauhigkeit</b>														
	<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div> <p>Q08 MP3 2,5xMMD x208x01 Versuch6 2002-10-25 12:24 Op: Mls Arca: 1664 x 1664 um</p> </div> <div> <p>Lot: Versuchslinse PN: CaF2 MP-3 Smooth Phase</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; margin-top: 10px;"> <div> <p>Sq: 0.263 nm Sa: 0.211 nm St: 2.243 nm</p> </div> <div> <p>320x320 Hitachi KPM1U 2/3" 0.5X Body No Relay 550-10 nm 5X</p> </div> </div>														
	<p>Points: 102400 QUARTIC</p>														
	<p>Bewertung : sehr gut</p>														
	<p>Bewertung : Oberfläche ist für den Arbeitsaufwand ganz gut gelungen &gt; gut</p>														
<p><b>Zu 2. µ-Rauhigkeit in nm :</b></p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <thead> <tr> <th></th> <th>x 2,5</th> <th>x 40</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Mitte :</td> <td>0.195</td> <td>0.249</td> </tr> <tr> <td>Zone :</td> <td>0.199</td> <td>0.257</td> </tr> <tr> <td>Rand :</td> <td>0.264</td> <td>0.355</td> </tr> </tbody> </table>					x 2,5	x 40	Mitte :	0.195	0.249	Zone :	0.199	0.257	Rand :	0.264	0.355
	x 2,5	x 40													
Mitte :	0.195	0.249													
Zone :	0.199	0.257													
Rand :	0.264	0.355													
<p><b>3. Abtrag:</b></p>															
<p><b>4. Bewertung Polierverhalten :</b> ist zum ersten mal gelaufen wie gewohnt</p>															
	<b>Passepolitur</b>	<b>Polierverhalten</b>	<b>Krustenbildung</b>												
<b>Bewertung:</b>	sehr gut	gut	gut												
<b>Bemerkung:</b>		laufen und wetzen o.k.	Rückseite Passe												

Fig. 19

**Pech : Gugolz55/64**

Polierzeit : 3x2 Std.





Zu 2. $\mu$ -Rauigkeit in nm :	x 2,5	x 40 nicht gemessen
Mitte :	0.219	~0.3
Zone :	0.232	~0.3
Rand :	0.256	~0.3

3. Abtrag: 1µ / Std.

#### 4. Bewertung Polierverhalten:

	Passepolitur	Polierverhalten	Krustenbildung
<b>Bewertung:</b>	gut	gut	schwach
<b>Bemerkung:</b>		schönes gleichmäßiges ziehen und schnelle weisse Schaumbildung	

## Ergebnisse im Überblick

 Radius 117 erhaben	Struers	SDS	Propandiol	PEG	PEG 200	PEG 400
Passe / Restfehler	PV 0.025 Streifen	PV 0.039 Streifen	PV 0.041 Streifen	PV 0.025 Streifen		PV 0.04 Streifen
erreicht ja / nein	ja	ja	ja	ja		ja
Sauberkeit						
erreicht ja / nein	ja	ja	ja	ja		ja
Microrauheit 2,5x	0.21-0.26nm	Linse läuft nur	0.257-0.369nm	0.205-0.239nm		0.208-0.233nm
40x	~0.25-0.35nm	unter starkem Zug	0.366-0.428nm	0.281-0.339nm		0.273-0.302nm
erreicht ja / nein	ja	zu Gefährlich	ja / nein	ja		ja
 Radius 208 hohl						
Passe / Restfehler			PV 0.374 Streifen	PV 0.143 Streifen	PV 0.05 Streifen	PV 0.037 Streifen
erreicht ja / nein	ja		nein	nein	ja	ja
Sauberkeit						
erreicht ja / nein	ja		nein	nein	nein	ja
Microrauheit 2,5x	~0.20-0.3nm		0.414-0.73nm		Trotz 5 Anlaufe	0.195-0.264nm
40x	~0.25-0.35nm		0.614-0.678nm		kein akzeptables	0.249-0.355nm
erreicht ja / nein	ja		nein		Ergebnis	ja



# Ultra-Präzisions-Polishing (UPP)

## Referenzergebnisse mit Poly-NCF-Compounds

Material	$R_{max}$ (nm)	$R_a$ (nm)	$t$ (min)	Einsatzbereiche
$Gd_3Ge_6O_{12}$ (Gadolinium Germanium Granat (GGG))	2,5	0,5	10'	hohe Härte (6,5-7,5), nicht spaltbar Mikrowellentechnik, Magnetblasenspeicher
SiC (Siliziumcarbid)	1,5	0,5	8'	hohe Härte (9-6) Infrarotheizstäbe, Hochtemp. Transistoren, Ing.-Keramik
$Al_2O_3$ (Aluminiumoxid / Saphirkristall o. als Keramikadditiv)	2,8	0,6		hohe Härte (8-9), gute Wärmeleiteigenschaften optische Bauteile, Gleitlager f. Pumpen, Fadenführer
$LiNbO_3$ (Lithium-Niobat (Metall))	0,7	0,15		Modulär-Kristall für Laser (n. Pockelseffect)
$ZrO_2$ (Zirkoniumoxid)	0,7	0,13		hohe Härte (7) Keramik, Schleifmittel, Röntgenkontrastmittel, Schneidmesser
$Y_3Al_5O_{12}$ (Yttrium-Aluminium-Granat (YAG))	5,0	0,9		Lasermaterial
Si (Silizium-Einkristall)	7	2	6'	Halbleiterbereich, Wafer
$MgF_2$ (Magnesiumfluorid)		0,5		hochbrechende Gläser
Nd:YAG (Neodym)		0,2		Laserstäbe, Kristall zur Lasernerzeugung